

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

(57) [Claim(s)]

[Claim 1] Are an approach to manufacture a resolvability cigarette filter and adhesives are applied to at least one longitudinal edge of plug lap paper. While adhesives are fusing, association is made, and it is time amount sufficient in order to prevent migration of association and the method of holding compression. Here 50 - 90 % of the weight of graft copolymers containing 40 - 85% of the weight of vinyl monomers [at least one sort of], and 15 - 60% of the weight of polyalkylene oxide polymers [at least one sort of], 0 - 50 % of the weight of compatibility adhesion grant nature resin, 0 - 30 % of the weight of polar waxes, The approach characterized by opening when it makes to include the admiration aquosity hot melt adhesive containing 0 - 3 % of the weight of antioxidants, another water solubility, or an admiration aquosity thermoplasticity polymer as adhesives into an improving point and the cigarette filter obtained is exposed to hygroscopic moisture.

[Claim 2] The cigarette filter of the claim 1 publication whose polymerization ethylene oxide content is at least 50 % of the weight, including the polyalkylene oxide polymer in which the graft copolymer in adhesives has the number average molecular weight of 3000-100,000.

[Claim 3] The cigarette filter of claim 1 publication with which the graft copolymer in adhesives contains vinyl acetate as a vinyl monomer.

[Claim 4] The cigarette filter of claim 1 publication with which the graft copolymer in adhesives contains 55 - 85% of the weight of a vinyl monomer.

[Claim 5] The cigarette filter of claim 1 publication chosen from the group which the adhesion grant nature resin in adhesives becomes from rosin, a rosin derivative, phenol reforming cumarone indene resin, the cumarone indene resin that has about 5-117-degree C softening temperature, and phenol reforming terpene resin.

[Claim 6] Adhesives Polyvinyl alcohol, the polyvinyl acetate hydrolyzed partially, Pori (ethylene-KO-vinyl alcohol), Pori (ethylene-KO-vinyl acetate-KO-vinyl alcohol), Polyethylene oxazoline, polyvinyl-pyrrolidone, and polyvinyl-pyrrolidone-KO-vinyl acetate, The cigarette filter of the claim 1 publication which contains further the thermoplastic polymer chosen from the group which consists of hydroxyethyl cellulose reformed to polyvinyl methyl ether, denaturation starch and a dextrin, hydroxyethyl cellulose, and hydrophobicity in 30 or less % of the weight of an amount.

[Claim 7] The cigarette filter of the claim 1 publication which contains further the compatibility polarity wax chosen from the group which consists of the acid wax guided from glycerol monochrome - and distearate, synthetic long-chain straight chain-like giant-molecule alcohol, stearin acid, Monod and the high acid-number wax-like ingredient of dicarboxylic acid, the fat amide, and the montan wax, stearyl alcohol, hydrogenation castor oil, ethoxyl-ized alcohol, 12 (OH) stearin acid, and stearin-cetyl alcohol in 5 - 40% of the weight of an amount.

[Claim 8] The cigarette filter of claim 1 publication with which a toe is chosen from the filament of cellulose acetate, Pori (ethylene terephthalate), a propylene, and polyethylene.

[Claim 9] The filter of claim 1 publication with which a toe contains a biodegradability filter ingredient.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

This invention relates to the cigarette filter element combined by the use and it of the admiration aquosity hot melt adhesive for association of paper which wrap a cigarette filter element.

the standard cigarette with a filter -- 3 sorts of actuation: -- it is manufactured by a filter or plug manufacture, (2) rod manufacture, and (3) filter attachment.

A cigarette rod consists of a leaf of a series of cigarettes wrapped in the paper tube pasted up along with one longitudinal line with suitable adhesives. This actuation is performed at the rate of 2,000-16,000 cigarettes in 1 minute. It acts to a precision as the monitor of the weight, the diameter, and die length of a cigarette rod by ** for the reason of cost control and a tax.

Although filter manufacture actuation resembles rod manufacture in many respects, the ingredient and manufacturing installation to be used differ from each other. Most generally the filter of the smoke of a cigarette is manufactured from the toe with which crimp processing of the cellulose acetate fiber was carried out. A toe can be warmed, and it is ****(ed) so that the ingredient which about 9" (22.9cm) of fiber distributed to homogeneity by width of face may be manufactured. The "bloom" of the toe is carried out in the known method of separating fiber, and the high boiler currently generally called the "plasticizer" is applied by spraying, sucking, or other suitable means. After that, the processed toe is extended by the cylindrical shape and wrapped in paper. It is between fixed time amount, and a plasticizer dissolves a fiber front face partially first between this fixed time amount in which accelerates with heating and it deals, it is made into the quality of adhesion, and it joins together in that it is mutually in contact. Then, although a plasticizer moves into fiber and a front face dries, fiber is still combined.

After that, the toe by which the bloom was carried out is used as tubing, and is wrapped in paper or a plug lap. Paper is pasted up along the longitudinal edge. No matter what adhesives the stress of the high radiation direction may exist and it may use on a glued

connection from the property of a toe for the reason, if most adhesives stick in an instant and holding between storage and use becomes impossible, they will not become. For this reason, hot melt adhesive can be used, and hot melt adhesive can be quickly hardened by combination, and a very high machine rate can be used.

The hot melt adhesive of current, polyethylene, and the ethylene vinyl acetate base is used for this filter or a plug lap application. These are non-polar in comparison, and since they are tolerant to the bad influence of a triacetin, they are desirable. A triacetin is a plasticizer most generally used, and it often moves, acts as a solvent of adhesives, and brings about aggravation of association.

Since the concern on an environment became large, to develop the cigarette filter which will deteriorate underwater with the passage of time has been desired on a cigarette manufacturer's role. The hot melt adhesive which loses a sink by the perimeter environment, and loses reinforcement underwater when throwing away is required of such an application. Generally the polarity of such admiration aquosity hot melt adhesive barred use of a triacetin plasticizer, gave priority to other filters which a cigarette firm investigates an environment-friendly cigarette and do not need the plasticizer which is not more desirable, or a plasticizer, and has eliminated the triacetin.

It discovered that the admiration aquosity hot melt adhesive can be satisfied with the cigarette filter structure of hot melt adhesive was prepared. This hot melt adhesive can be prepared from the water solubility of 50 - 90 % of the weight of graft copolymers containing about 40 - 85% of the weight of vinyl monomers [at least one sort of], and about 15 - 60% of the weight of polyalkylene oxide [at least one sort of], 0 - 50 % of the weight of compatibility adhesion grant nature resin, 0 - 30 % of the weight of polar waxes, 0 - 3 % of the weight of antioxidants, and another compatibility, or 0 - 30 % of the weight of admiration aquosity thermoplasticity polymers.

Although these adhesives are admiration aquosity and are fully polarities because of the property opened when soaked in water, they offer the taste permissible since it hardens quickly enough and is used for a commercial cigarette filter application, and a stinking thing property. Furthermore, although adhesives have suitable viscosity in the state of melting, it has very good adhesion to cigarette plug lap paper and a cigarette filter element. Adhesives are all convenient approaches, for example, may be attached to plug lap paper by the direct application with a narrow wheel or a narrow roller, using a heat nozzle. Application may be performed by the cigarette plug manufacture machine of one of the types by which current use is carried out. Association of a plug lap is made while adhesives are fusing, and it compresses and it is held until bond strength sufficient in order to prevent a gap of association arises. at the temperature, viscosity is good fluid and low flow, and the usual application temperature of adhesives is 135-175 degrees C, and it is [it is alike and] suitable -- I will come out.

Including the filament toe with which the element of the filter of the smoke of the cigarette indicated here was chosen from the filament of cellulose acetate, Pori (ethylene terephthalate), polypropylene, and polyethylene, and/or the biodegradability filter toe

ingredient, this filament is combined with a filter element, this element is surrounded within a plug lap after that, and that at least one longitudinal edge is covered with the hot melt adhesive of a publication by the above.

The water-soluble specific polyalkylene oxide polymer used for a graft copolymer given in here has about 3,000 to 100,000 number average molecular weight, and has at least 50% of the weight of polymerization ethylene oxide content. This polyethylene oxide polymer may be the block copolymer of the random copolymer of the homopolymer (that ester and an ether derivative are included) of ethylene oxide, ethylene oxide, and propylene oxide, ethylene oxide, and propylene oxide, or its mixture. The mixture of a different copolymer may be used and a copolymer and a homopolymer may be used together with such mixture. It is marketed from a firm like Union Carbide (a polyethylene oxide polymer, a copolymer (ethylene oxide/propylene oxide), and polyethylene oxide monomethyl ether), BASF Wyandotte (block copolymer), and Dow Chemical Company (a homopolymer and random copolymer). In a detail, the product of Union Carbide currently sold by the trade name of CARBOWAX (polyethylene oxide) and METH OXY CARBOWAX (monomethyl ether of polyethylene oxide) has more the average molecular weight roughly shown by the next numeric value of a trade name.

The polymerization ethylene oxide content of a polyalkylene oxide polymer is at least 50% of the weight of a polymer, and is at least 75 % of the weight preferably. The polymer with the lower content of a polymerization ethylene oxide radical does not show not much big solubility underwater, and, for this reason, is not useful as an admiration aquosity polymer component of this invention. Polyalkylene oxide polymer measles is carried out including less than about 50% of the weight of polymerization ethylene oxide, and it is useful as a plasticizer or a diluent.

When the polyalkylene oxide polymer which has less than about 3,000 number average molecular weight is used by the polyalkylene oxide independent, it should not become clear that it does not give water-dispersion to a graft copolymer, and for this reason, the ratio of the water-soluble materials to which the polyalkylene oxide part of such lower molecular weight exists in a graft copolymer should not be included in determining. on the other hand, the polyalkylene oxide (for example, CARBOWAX 600 of Union Carbide) of low molecular weight -- or the polyalkylene oxide (for example, POLYOX of Union Carbide) of the amount of macromolecules is very useful as a plasticizer, a diluent, or a polymer additive.

Vinyl monomers useful in the graft copolymer of this invention are vinyl acetate and low-grade alkylation acrylate or methacrylate, for example, a methyl acrylate, and an ethyl acrylate preferably. Acrylic-acid alkyl ester to which other useful vinyl monomers contain 1-10 carbon atoms in an alkyl part; styrene; and vinyl ester, for example, vinyl propionate, vinyl butyrate, vinyl 2-ethylhexanoate, etc. are included. Especially use of vinyl acetate is thermally stable, and chain transfer sufficient [are a polarity whenever / middle / , and] in order to manufacture a vinyl monomer and the graft copolymer in which it is easily blended into adhesives and deals is offered at the time of graft-izing. A graft copolymer

contains 15 - 45% of the weight of a polyalkylene oxide component most preferably, including about 40 - 85% of the weight of vinyl monomers [at least one sort of], and about 15 - 60% of the weight of water-soluble polyalkylene oxide polymers [at least one sort of]. Although various vinyl monomers may be used by itself for graft-izing on a water-soluble polymer principal chain, other little ethylene system partial saturation monomers may be used as a comonomer of a vinyl monomer so that specific properties, such as water-dispersion, adhesion, and flexibility, may be improved. A monomer useful as a comonomer of a vinyl monomer contains the alkyl ester of the methacrylic acid which contains 1-8 carbon atoms in 2-hydroxyethyl acrylate, N-vinyl pyrrolidone, sodium vinylsulfonate (sodium salt of an ethylene sulfonic acid), and an alkyl part. Generally such a comonomer is used in 40 or less % of the weight of the amount of the total graft copolymer.

The graft copolymer used here and its manufacture approach are indicated by U.S. Pat. No. 3,891,584 given to Ray-Chaudhuri on June 24, 1975, and take in the indication by citation. In addition to a water-soluble polyalkylene oxide polymer, a vinyl monomer, and the ethylene system partial saturation monomer of arbitration, the adhesives used here also contain 5 - 50% of the weight of compatibility adhesion grant nature resin [one or more sorts of]. Such a tackifier Rosin (gum, a tree, or TARU oil) and a rosin derivative, Phenol reforming cumarone indene resin (it sells by Neville Chemical Company, Neville Island, and Pennsylvania by the trade name of NEVILLAC), The cumarone indene resin which has about 5-117-degree C softening temperature (it sells by above-mentioned Neville Chemical Company by the trade name of CUMAR), It is phenol reforming terpene resin (it sells by Arizona Chemical Company, Inc., Elizabeth, and New Jersey by the trade name of NIREZ). The softening temperature of the resin shown above is the Ball and Ring softening temperature determined using ASTM E28-58T law.

The adhesives of this invention also contain another thermoplastic polymer desirable [to 30 % of the weight] to 25 % of the weight. A thermoplastic polymer water-soluble [of suitable compatibility], or admiration water Polyvinyl alcohol, Polyvinyl acetate, Pori (ethylene-KO-vinyl alcohol) which were hydrolyzed partially, Pori (ethylene-KO-vinyl acetate-KO-vinyl alcohol) poly ethyl oxazoline, Polyvinyl-pyrrolidone and polyvinyl-pyrrolidone-KO-vinyl acetate, Polyvinyl methyl ether, denaturation starch, a dextrin, for example, starch acetate, and starch propionate; the hydroxyethyl cellulose reformed to HIDOROKI ethyl cellulose, hydroxypropylcellulose, and hydrophobicity is included.

Adhesives also contain 5 - 40% of the weight of a compatibility polarity wax. Especially useful things are the acid wax guided from glycerol monochrome - and distearate, synthetic long-chain straight chain-like giant-molecule alcohol, stearin acid, Monod or the high acid-number wax-like ingredient of dicarboxylic acid, a fat amide like hydroxy stearin acid monoethanolamide, and the montan wax, stearyl alcohol, hydrogenation castor oil, ethoxyl-ized alcohol, 120 (OH) stearin acid, and stearyl-cetyl alcohol.

The following example illustrates manufacture of suitable hot melt adhesive, and its use

for various applications. In an example, unless especially all the sections have directions, it is weight criteria, and all temperature is Celsius degrees. The test procedure used here is as follows.

Test procedure melt viscosity The Brook FIRU RVT thermostat cel viscometer determined the melt viscosity of hot melt adhesive/binder using number 27 spindle by 20 or 50rpm. **Underwater released time of exfoliation-cigarette filter (plug) paper** Cigarette filter paper was cut to 2 inch (50.8mm) die length and 1 inch (25.4mm) width of face. The cigarette filter to examine was heated at 350 degrees F, and the bead of 1-mil thickness was manufactured in the filter paper. Association was formed among two sheets of papers according to the 200 gram-weight load.

Using the metal hook, it was immersed in the cold tap water in a beaker, and the sample was agitated. The underwater released time was measured.

Adhesion-test-hot melt adhesive was heated at 350 degrees F, and the glass rod pulled the film on the pad. The lifting or attaching-finger adhesion test was started and counted from the film, and the relative range of hot melt was also determined (this trial is extremely subjective.). The product was grade-ized by only the comparison. .

the standard kraft paper cut in exfoliation and shear test-3 inch (76.2mm) x1 inch (25.4mm) size -- using -- association -- having prepared .

Hot melt adhesive was heated at 350 degrees F, and the thin bead was applied in the center of a base material. The second piece of Kraft has been directly arranged on the first Kraft immediately after bead application, and the bead was compressed using 200g pile. The compressed bead was about 1-1/2 inch (12.7mm) width of face.

-three pieces which prepare six association about each sample are [association for exfoliation and three pieces] the objects for shear association.

After aging overnight, 100g pile was used and it placed all over the 100-degree F furnace by exfoliation and the shear configuration.

10 degrees F of temperature of a furnace are raised every 15 minutes. The temperature which association damages is recorded and these are exfoliation and a shear value.

Ring and Ball softening temperature is measured all over a glycerol bus using the procedure of a publication to ATSM E28-58T.

Example I The useful graft copolymer of Pori (ethylene oxide) (PEO) of the 20 sections and the vinyl acetate (VA) of the 80 sections was prepared by loading one liter flask with the following raw material.

Polyglycol E-8000 (Dow Chemical Co.) 200gt-butylperoxy pel benzoate 0.8g The flask possessed the stirrer of stainless steel, the thermocouple, the condenser, the nitrogen inlet tube, and the tap funnel containing 800g vinyl acetate. 60g vinyl acetate was added and the heating reflux of the mixture was carried out. It added in order [which carries out the polymerization of the 4ml of 10% solution of 70% benzoyl in ethyl acetate] to start. The remaining vinyl acetate was added over 3 hours. The reaction mixture was heated at 155 degrees C - 160 degrees C, and this temperature was held for 15 minutes. Irganox 1010 3g antioxidant (Ciba-Geigy) was added, and the remaining monomers were removed by

vacuum distillation.

It prepared by blending the obtained graft copolymer with the terpene phenol resin and the wax with which various amounts shown in Table I differ at 325 degrees F, and considered as hot melt adhesive.

Example II Although the graft copolymer was prepared like Example I, the amount of an ingredient which offers the ratio of the vinyl acetate of the polyethylene oxide pair 70 sections of the 30 sections was used. The obtained graft copolymer was prepared as shown in Table III, and it was examined. A result is shown in Table IV.

Example III Although the graft copolymer was prepared like Example I, the amount of an ingredient which offers the ratio of the vinyl acetate of the polyethylene oxide pair 60 sections of the 40 sections was used. The obtained graft copolymer was prepared as shown in Table V, and it was examined. A result is shown in front VI. The result was compared also with the conventional cigarette plug adhesives which use as the base the ethylene vinyl acetate copolymer which contains vinyl acetate 28% in this trial.

The result shown in Tables II, IV, and VI has illustrated clearly that the adhesives of the graft copolymer base in a cigarette filter application have the desirable engine performance. Furthermore, this result shows that it is ordered so that the degree (namely, released time) of admiration aquosity may fill a demand of a specific cigarette manufacturer by changing selection of a wax and/or a tackifier.

Furthermore, these adhesives are admiration aquosity, in order to open when soaked in water and, they are fully polarities, but in order to use for the cigarette filter application on commerce in spite of it, they offer the taste and a stinking property permissible in a hardening list quick enough.

These results show that the hot melt adhesive prepared as an epitome from other monomers which contain other hygroscopic moisture reactivity functional groups in these hot melt adhesive and a list can be used well [in order to form a cigarette filter in the above like a publication]. Probably, it will be clear that you may be made without various modification deviating from the range of this invention in the mode of above-mentioned this invention as the convention to an attached claim. And so, being interpreted as no contents given in the above being what is only the purpose of instantiation and restricts this invention is meant.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2706178号

(45) 発行日 平成10年(1998) 1月28日

(24) 登録日 平成9年(1997)10月9日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 2 4 D 3/02

A 2 4 D 3/02

// C 0 9 J 151/08

C 0 9 J 151/08

請求項の数 9 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平7-523036

(86) (22) 出願日 平成7年(1995) 3月3日

(65) 公表番号 特表平8-506972

(43) 公表日 平成8年(1996) 7月30日

(86) 国際出願番号 P C T / U S 9 5 / 0 2 6 2 2

(87) 国際公開番号 W O 9 5 / 2 3 5 2 7

(87) 国際公開日 平成7年(1995) 9月8日

(31) 優先権主張番号 0 8 / 2 0 6 , 3 1 6

(32) 優先日 1994年3月4日

(33) 優先権主張国 米国 (U S)

(73) 特許権者 999999999

ナショナル スターチ アンド ケミカル
インベストメント ホールディング
コーポレーション

アメリカ合衆国, デラウェア 19809,
ウィルミントン, シルバーサイド ロード
501, スウィート 27

(72) 発明者 カウフマン, トーマス エフ.
アメリカ合衆国, ペンシルバニア
18042, イーストン, ミードウ レーン
ドライブ 1809

(74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外3名)

審査官 吉田 一朗

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 煙草用感水性ホットメルト接着剤

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 分解性煙草フィルターの製造する方法であって、プラグラップ紙の少なくとも1つの長手縁に接着剤を適用し、接着剤が溶融している間に結合を作り、そして結合の移動を防ぐために十分な時間、圧縮を保持する方法であり、ここで、40～85重量%の少なくとも1種のビニルモノマーおよび15～60重量%の少なくとも1種のポリアルキレンオキシドポリマーを含むグラフトコポリマー50～90重量%、相溶性粘着付与性樹脂0～50重量%、極性ワックス0～30重量%、酸化防止剤0～3重量%および別の水溶性または感水性熱可塑性ポリマーを含む感水性ホットメルト接着剤を接着剤として含むことを改良点とし、得られる煙草フィルターが湿分にさらされたときに開放することを特徴とする方法。

【請求項2】 接着剤中のグラフトコポリマーが3000～10

2

0,000の数平均分子量を有するポリアルキレンオキシドポリマーを含み、且つ、重合エチレンオキシド含有率が少なくとも50重量%である請求の範囲1記載の煙草フィルター。

【請求項3】 接着剤中のグラフトコポリマーがビニルモノマーとしてビニルアセテートを含む請求の範囲1記載の煙草フィルター。

【請求項4】 接着剤中のグラフトコポリマーが55～85重量%のビニルモノマーを含む請求の範囲1記載の煙草フィルター。

【請求項5】 接着剤中の粘着付与性樹脂がロジン、ロジン誘導体、フェノール改質クマロンインデン樹脂、約5～117℃の軟化点を有するクマロンインデン樹脂およびフェノール改質テルペン樹脂からなる群より選ばれたものである請求の範囲1記載の煙草フィルター。

【請求項6】接着剤が、ポリビニルアルコール、部分的に加水分解したポリビニルアセテート、ポリ（エチレンーコービニルアルコール）、ポリ（エチレンーコービニルアセテートーコービニルアルコール）、ポリエチレンオキサゾリン、ポリビニルピロリドン、ポリビニルピロリドンーコービニルアセテート、ポリビニルメチルエーテル、変性デンプンおよびデキストリン、ヒドロキシエチルセルロースおよび疎水性に改質したヒドロキシエチルセルロースからなる群より選ばれた熱可塑性ポリマーを30重量%以下の量で更に含む請求の範囲1記載の煙草フィルター。

【請求項7】グリセロールモノーおよびジステアレート、合成長鎖直鎖状高分子アルコール、ステアリン酸、モノーおよびジカルボン酸の高酸価ワックス状材料、脂肪アミド、モンタンワックスから誘導された酸ワックス、ステアリルアルコール、水素化ヒマシ油、エトキシ化アルコール、12（OH）ステアリン酸およびステアリンーセチルアルコールからなる群より選ばれた相溶性極性ワックスを5～40重量%の量で更に含む請求の範囲1記載の煙草フィルター。

【請求項8】トーがセルロースアセテート、ポリ（エチレンテレフタレート）、プロピレンおよびポリエチレンのフィラメントから選ばれたものである請求の範囲1記載の煙草フィルター。

【請求項9】トーが生分解性フィルター材料を含む請求の範囲1記載のフィルター。

【発明の詳細な説明】

本発明は煙草フィルター要素を包む紙の結合用の感水性ホットメルト接着剤の使用およびそれで結合された煙草フィルター要素に関する。

標準的なフィルター付き煙草は3種の操作：フィルターまたはプラグ製造、（2）ロッド製造および（3）フィルター付けにより製造される。

煙草ロッドは適切な接着剤で1つの長手線に沿って接着された紙管で包まれた一連の煙草の葉からなる。この操作は1分間に2,000～16,000本の煙草の速度で行われる。煙草ロッドの重量、直径および長さはコスト抑制および税金の理由のために全て精密にモニターされる。

フィルター製造操作は多くの点でロッド製造と似ているが、用いる材料および製造装置は異なる。煙草の煙のフィルターはセルロースアセテート繊維のクリンプ加工されたトーから最も一般的に製造される。トーは温められ、そして約9"（22.9cm）幅で繊維が均質に分散した材料を製造するように分出しされる。トーは繊維を分離する既知の方法において「ブルーム」され、そして一般に「可塑剤」と呼ばれている高沸点溶剤はスプレイング、吸上または他の適切な手段により適用される。処理されたトーは、その後、円筒形に引き延ばされ、そして紙で包まれる。一定時間の間であって、加熱により加速されうるこの一定時間の間に可塑剤は最初に繊維表面を

部分的に溶解し、それを粘着質にし、そして互いに接触している点で結合する。その後、可塑剤は繊維内に移動し、表面が乾燥するが、繊維は依然として結合されている。

ブルームされたトーはその後、管にされ、紙またはプラグラップで包まれる。紙は長手縁に沿って接着されている。トーの性質から、接着結合上に高い放射方向の応力が存在し、その為、どんな接着剤を用いても、接着剤は殆ど瞬時に粘着し、そして貯蔵および使用の間に保持することができなければならない。この為、ホットメルト接着剤が用いられ、ホットメルト接着剤は配合により速く硬化することができ、そして非常に高い機械速度を用いることができる。

このフィルターまたはプラグラップ用途に、現在、ポリエチレンおよびエチレンビニルアセテートベースのホットメルト接着剤が用いられている。これらは比較的に無極性であり、且つ、トリアセチンの悪影響に対して耐性があるので好ましい。トリアセチンは最も一般的に用いられる可塑剤であり、それはしばしば移動して接着剤の溶剤として作用し、結合の悪化をもたらす。

環境上の懸念が大きくなったため、経時とともに水中で劣化するであろう煙草フィルターを開発することが煙草製造業者の役割上望まれてきた。周囲環境に流し、または捨てるときに、水中で強度を失うホットメルト接着剤がこのような用途で必要である。このような感水性ホットメルト接着剤の極性は一般にトリアセチン可塑剤の使用を妨げ、そして煙草会社は、環境に優しい煙草を探究して、より望ましくない可塑剤、または可塑剤を必要としない他のフィルターを優先してトリアセチンを排除している。

煙草フィルター構造体に満足できる感水性ホットメルト接着剤が調製されることを発見した。このホットメルト接着剤は約40～85重量%の少なくとも1種のビニルモノマーおよび約15～60重量%の少なくとも1種のポリアルキレンオキシドを含むグラフトコポリマー50～90重量%、相溶性粘着付与性樹脂0～50重量%、極性ワックス0～30重量%、酸化防止剤0～3重量%および別の相溶性の水溶性または感水性熱可塑性ポリマー0～30重量%から調製されることができる。

これらの接着剤は、感水性であり、そして水にさらされたときに開放する性質のために十分に極性であるが、十分に速く硬化し、且つ、商業煙草フィルター用途に用いられるために許容できる味および臭いの性質を提供する。更に、接着剤は熔融状態では適切な粘度を有するが、煙草プラグラップ紙および煙草フィルター要素に非常に良好な付着性を有する。

接着剤はあらゆる便利な方法で、例えば、熱ノズルを用いて、または狭いホイールまたはローラーによる直接適用によりプラグラップ紙に付けられてよい。現在使用されているいずれかのタイプの煙草プラグ製造機械で適

用は行われてよい。ブラグラップの結合は接着剤が溶融している間になされ、そして結合のずれを防ぐために十分な結合強度が生じるまで圧縮して保持される。接着剤の通常の適用温度は135～175℃であり、その温度で粘度は良好な流動性および低い流れだしに適するであろう。

ここで開示される煙草の煙のフィルターの要素はセルロースアセテート、ポリ（エチレンテレフタレート）、ポリプロピレンおよびポリエチレンのフィラメントおよび／または生分解性フィルタートー材料から選ばれたフィラメントを含み、このフィラメントはフィルター要素に結合され、この要素はその後ブラグラップ内に包囲され、その少なくとも1つの長手縁が上記に記載のホットメルト接着剤で被覆されている。

ここに記載のグラフトコポリマーに用いられる特定の水性ポリアルキレンオキシドポリマーは約3,000～100,000の数平均分子量を有し、そして少なくとも50重量%の重合エチレンオキシド含有率を有する。このポリエチレンオキシドポリマーはエチレンオキシドのホモポリマー（そのエステルおよびエーテル誘導体を含む）、エチレンオキシドおよびプロピレンオキシドのランダムコポリマー、エチレンオキシドおよびプロピレンオキシドのブロックコポリマー、またはその混合物であってよい。異なるコポリマーの混合物は用いられてよく、そしてコポリマーおよびホモポリマーはこのような混合物と一緒に用いられてよい。Union Carbide（ポリエチレンオキシドポリマー、（エチレンオキシド／プロピレンオキシド）コポリマーおよびポリエチレンオキシドモノメチルエーテル）、BASF Wyandotte（ブロックコポリマー）およびDow Chemical Company（ホモポリマーおよびランダムコポリマー）のような会社から市販されている。より詳細には、CARBOWAX（ポリエチレンオキシド）およびMETH OXY CARBOWAX（ポリエチレンオキシドのモノメチルエーテル）の商品名で販売されているUnion Carbideの製品は商品名の次の数値により概略で示される平均分子量を有する。

ポリアルキレンオキシドポリマーの重合エチレンオキシド含有率はポリマーの少なくとも50重量%であり、好ましくは少なくとも75重量%である。重合エチレンオキシド基の含有率がより低いポリマーは水中にあまり大きな溶解度を示さず、そしてこの為、本発明の感水性ポリマー成分として有用でない。約50重量%未満の重合エチレンオキシドを含むポリアルキレンオキシドポリマーはしかし可塑剤または希釈剤として有用である。

約3,000未満の数平均分子量を有するポリアルキレンオキシドポリマーはポリアルキレンオキシド単独で用いられるときにはグラフトコポリマーに水分散性を付与しないことが判明され、そしてこの為、このようなより低い分子量のポリアルキレンオキシド部分はグラフトコポリマー中に存在する水性成分の比率を決定するのに含めるべきでない。他方、低分子量のポリアルキレンオキ

シド（例えば、Union CarbideのCARBOWAX 600）または非常に高分子量のポリアルキレンオキシド（例えば、Union CarbideのPOLYOX）は可塑剤、希釈剤またはポリマー添加剤として有用である。

本発明のグラフトコポリマー中で有用なビニルモノマーは好ましくはビニルアセテートおよび低級アルキル置換アクリレート若しくはメタクリレート、例えば、アクリル酸メチルおよびアクリル酸エチルである。他の有用なビニルモノマーはアルキル部分に1～10個の炭素原子を含むアクリル酸アルキルエステル；スチレン；およびビニルエステル、例えば、ビニルプロピオネート、ビニルブチレート、ビニル2-エチルヘキサノエート等を含む。ビニルモノマー、そして特にビニルアセテートの使用は、熱的に安定であり、中程度に極性であり、そして接着剤中に容易に配合されうるグラフトコポリマーを製造するために十分な連鎖移動をグラフト化時に提供する。グラフトコポリマーは好ましくは約40～85重量%の少なくとも1種のビニルモノマーおよび約15～60重量%の少なくとも1種の水溶性ポリアルキレンオキシドポリマーを含み、そして最も好ましくは15～45重量%のポリアルキレンオキシド成分を含む。

様々なビニルモノマーはそれ自体で水性ポリマー主鎖上でのグラフト化のために用いられてよいが、少量の他のエチレン系不飽和モノマーは水分散性、付着性、柔軟性等のような特定の特性を改良するようにビニルモノマーのコモノマーとして用いられてよい。ビニルモノマーのコモノマーとして有用なモノマーは2-ヒドロキシエチルアクリレート、N-ビニルピロリドン、ビニルスルホン酸ナトリウム（エチレンスルホン酸のナトリウム塩）およびアルキル部分に1～8個の炭素原子を含むメタクリル酸のアルキルエステルを含む。このようなコモノマーは一般に総グラフトコポリマーの40重量%以下の量で用いられる。

ここで用いられるグラフトコポリマーおよびその製造方法は1975年6月24日にRay-Chaudhuriに付与された米国特許第3,891,584号に記載されており、その開示を引用により取り入れる。

水性ポリアルキレンオキシドポリマー、ビニルモノマーおよび任意のエチレン系不飽和モノマーに加えて、ここで用いられる接着剤は5～50重量%の1種以上の相溶性粘着付与性樹脂をも含む。このような粘着付与剤はロジン（ガム、木またはタル油）およびロジン誘導体、フェノール改質クマロンインデン樹脂（NEVILLACの商品名でNeville Chemical Company, Neville Island, Pennsylvaniaにより販売）、約5～117℃の軟化点を有するクマロンインデン樹脂（CUMARの商品名で上記のNeville Chemical Companyにより販売）、フェノール改質テルペン樹脂（NIREZの商品名でArizona Chemical Company, Inc., Elizabeth, New Jerseyにより販売）である。上記に示した樹脂の軟化点はASTM E28-58T法を用いて決定し

たBall and Ring軟化点である。

本発明の接着剤は30重量%までの、好ましくは25重量%までの、別の熱可塑性ポリマーをも含む。適切な相溶性の水溶性若しくは感水性の熱可塑性ポリマーはポリビニルアルコール、部分的に加水分解したポリビニルアセテート、ポリ（エチレン-コ-ビニルアルコール）、ポリ（エチレン-コ-ビニルアセテート-コ-ビニルアルコール）ポリエチルオキサゾリン、ポリビニルピロリドン、ポリビニルピロリドン-コ-ビニルアセテート、ポリビニルメチルエーテル、変性デンプンおよびデキストリン、例えば、デンプンアセテートおよびデンプンプロピオネート；ヒドロキエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロースおよび疎水性に改質したヒドロキシエチルセルロースを含む。

接着剤は5～40重量%の相溶性極性ワックスをも含む。特に有用なのは、グリセロールモノ-およびジステアレート、合成長鎖直鎖状高分子アルコール、ステアリン酸、モノ-若しくはジカルボン酸の高酸価ワックス材料、ヒドロキシステアリン酸モノエタノールアミドのような脂肪アミド、モンタンワックスから誘導された酸ワックス、ステアリンアルコール、水素化ヒマシ油、エトキシ化アルコール、120（OH）ステアリン酸、ステアリンセチルアルコールである。

次の実施例は適切なホットメルト接着剤の製造および各種用途でのその使用を例示する。実施例において、全ての部は特に指示がないかぎり重量基準であり、そして全ての温度は摂氏温度である。ここで用いた試験手順は次の通りである。

試験手順

溶融粘度

ホットメルト接着剤/バインダーの溶融粘度を、20または50rpmでナンバー27スピンドルを用いてブルックフィールドRVTサーモセル粘度計で決定した。

剥離-煙草フィルター（プラグ）紙の水中での開放時間

煙草フィルター紙を2インチ（50.8mm）長さおよび1インチ（25.4mm）幅に切断した。試験する煙草フィルターを350° Fに加熱し、そして1ミル厚さのビードをフィルター紙上で製造した。200グラム重の荷重により2枚の紙の間に結合を形成した。

試料を金属フックを用いてビーカー中の冷たい水道水に浸漬し、そして攪拌した。水中での開放時間を測定した。

粘着試験-ホットメルト接着剤を350° Fに加熱し、そしてガラス棒でパッド上でフィルムを引張った。フィルムから指を離したり付けたりすること粘着試験を開始し、数えてホットメルトの相対範囲をも決定した（この試験は極端に主観的である。製品は比較によってのみ等級化された。）。

剥離および剪断試験-3インチ（76.2mm）x1インチ（25.4mm）のサイズに切断した標準クラフトペーパーを用

いて結合の調製した。

ホットメルト接着剤を350° Fに加熱し、そして薄いビードを基材の中央に適用した。ビード適用直後、第二のクラフト片を第一のクラフト上に直接的に配置し、そしてビードを200g重を用いて圧縮した。圧縮したビードは約1/2インチ（12.7mm）幅であった。

各試料について6個の結合を調製する-3個が剥離用結合および3個が剪断結合用である。

一晚老化した後に、100g重を用いて剥離および剪断コンフィグレーションで100° Fの炉中に置いた。

炉の温度を15分ごとに10° F上げる。結合が破損する温度を記録し、そしてこれらが剥離および剪断値である。

Ring and Ball軟化点をATSM E28-58Tに記載の手順を用いてグリセリンバス中で測定する。

例 I

20部のポリ（エチレンオキシド）（PEO）および80部のビニルアセテート（VA）の有用なグラフトコポリマーを次の原料を1リットルフラスコに装填することにより調製した。

ポリグリコール E-8000 (Dow Chemical Co.) 200g
t-ブチルペルオキシペルベンゾエート 0.8g

フラスコはステンレススチールのスターラー、熱電対、凝縮器、窒素インレットチューブおよび、800gのビニルアセテートを含む滴下漏斗を具備していた。60gのビニルアセテートを加え、そして混合物を加熱還流した。酢酸エチル中の70%ベンゾイルの10%溶液の4mlを重合する開始するために加えた。残りのビニルアセテートを3時間にわたって加えた。反応混合物を155℃～160℃に加熱し、この温度を15分間保持した。3gのIrganox 1010酸化防止剤（Ciba-Geigy）を加え、そして残りのモノマーを真空蒸留で除去した。

得られたグラフトコポリマーを表 I に示す様々な量の異なるテルペンフェノール樹脂およびワックスと325° Fでブレンドすることにより調合してホットメルト接着剤とした。

表 I

材料	A	B	C	D
例Iのコポリマー(80/20)	50	70	60	60
Nirez 300テルペンフェノール樹脂- Arizona Chemical	50	—	—	50
Nirez 2040テルペンフェノール樹脂- Arizona Chemical	—	—	30	—
ヒマシ油ワックス-Cas Chem	—	—	—	10
Paracin 220ワックス-Cas Chem	—	30	10	—

得られた接着剤を上記の手順を用いて所望の性能特性に関して試験した。結果を表 II に示す。

9

表 II

材料	A	B	C	D
粘度、300°F	10,650	2,375	5,800	5,325
325°F	4,650	1,290	3,030	2,589
350°F	2,320	870	1,775	1,550
剥離	150°F	150°F	140°F	140°F
剪断	160°F	210°F	150°F	160°F
水中での開放時間	3日	5時間	2日	1時間
粘着範囲	1~2秒間	2~3秒間	4~5秒間	3~4秒間
R&B軟化点	206°F	220°F	195°F	191°F

例II

例Iのようにグラフトコポリマーを調製したが、30部のポリエチレンオキシド対70部のビニルアセテートの比を提供するような材料の量を用いた。得られたグラフトコポリマーを表IIIのように調合し、そして試験した。結果を表IVに示す。

表 III

材料	E	F	G	H
コポリマー(70/30)	70	50	90	70
Nirez 2150テルペンフェノール樹脂-Arizona Chemical	15	—	—	—
Nirez 2040テルペンフェノール樹脂-Arizona Chemical	—	50	—	20
Paracin 220ワックス-Cas Chem	15	—	10	—
ヒマシ油ワックス-Cas Chem	—	—	—	10

表 IV

材料	E	F	G	H
粘度、300°F	1,460	5,150	2,762	2,345
325°F	980	2,425	1,755	1,320
350°F	685	1,450	1,210	880
剥離	140°F	130°F	調整	調整
剪断	180°F	調整	110°F	110°F
		150°F	150°F	調整
				160°F
水中での開放時間	3日	5時間	1時間	2時間
粘着範囲	1~2秒間	2~3秒間	2~3秒間	3~4秒間
R&B軟化点	206°F	191°F	210°F	180°F

例III

例Iのようにグラフトコポリマーを調製したが、40部のポリエチレンオキシド対60部のビニルアセテートの比を提供するような材料の量を用いた。得られたグラフトコポリマーを表Vのように調合し、そして試験した。結果を表VIに示す。この試験において、結果は28%ビニルアセテートを含むエチレンビニルアセテートコポリマーをベースとする従来の煙草プラグ接着剤とも比較した。

10

表 V

材料	J	K	L	対照
コポリマー(40/60)	70	50	90	EVA-25部
Nirez 2040テルペンフェノール樹脂-Arizona Chemical	—	10	50	Kristalex(粘着付与剤)30部
Paracin 220ワックス-Cas Chem	10	—	—	Paraflint EVA-45部
ヒマシ油ワックス-Cas Chem	—	10	—	

表 VI

材料	J	K	L	対照
粘度、300°F	1,245	1,402	2,487	2,000
325°F	885	927	1,322	1,500
350°F	655	615	772	1,000
剥離	調整	調整	110°F	調整
剪断	120°F	110°F	120°F	140°F
	150°F	110°F		190°F
水中での開放時間	45分	45分	15時間	∞
粘着範囲	6~7秒間	6~7秒間	1~2秒間	1~2秒間
R&B軟化点	202°F	182°F	175°F	224°F

表II、IVおよびVIに示した結果は煙草フィルター用途におけるグラフトコポリマーベースの接着剤が望ましい性能を有することを明らかに例示している。更に、この結果は、ワックスおよび/または粘着付与樹脂の選択を変えることにより、感水性の度合い(即ち、開放時間)が特定の煙草製造業者の要求を満たすように詔えられることを示す。

更に、これらの接着剤は、感水性であり、そして水にさらされたときに開放するために十分に極性であるが、それにも係わらず商業上の煙草フィルター用途に用いるために十分に速い硬化並びに許容できる味および臭い特性を提供する。

要約として、これらのホットメルト接着剤、並びに、他の湿分反応性官能基を含む他のモノマーから調製されたホットメルト接着剤は上記に記載のように煙草フィルターを形成するためにうまく用いることができることをこれらの結果は示す。上記の本発明の態様において様々な変更は、添付の請求の範囲に規定の通り、本発明の範囲を逸脱することなくなされてよいことは明らかであろう。そしてそれ故、上記に記載の全ての内容は例示の目的のみであり、本発明を制限するものでない解釈されることが意図される。

フロントページの続き

(72)発明者 ウィーツォレック, ジョセフ ジュニア
 アメリカ合衆国, ニュージャージー
 08867, ピッツタウン, ボックス 367シ
 ー, ロード # 2

(72)発明者 ハットフィールド, スティーブン エ
 フ.
 アメリカ合衆国, ニュージャージー
 08876, ソマービレ, ウエスト オーチ
 ャード 61

(56)参考文献 米国特許3891584 (U S, A)